

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-034518

(43)Date of publication of application : 07.02.2003

(51)Int.Cl.

C01B 31/12

(21)Application number : 2001-220319

(71)Applicant : YAMAZAKI NORIYUKI  
SEKO MITSUO

(22)Date of filing : 19.07.2001

(72)Inventor : YAMAZAKI NORIYUKI

## (54) ACTIVATED CARBON AND METHOD FOR MANUFACTURING IT

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an activated carbon having a wide specific surface area and a method for manufacturing it from used tires as raw materials using less amount of KOH in a short heating time.

**SOLUTION:** In the method for manufacturing activated carbon, used tires are pulverized and steels are removed to form chips of 3 to 5 mm square, and then the chip is dipped in 0.5 to 1 M potassium carbonate solution and stirred for 5 to 10 minutes. Thereafter, 4.5 g of the chip and 12 g of potassium hydroxide are mixed to make a sample, and the sample is placed on a boat, the boat is put into a tube, heated from room temperature to 920° C in a short time (for about 40 minutes) in an electric furnace while introducing nitrogen gas, and held at 920° C for 75 minutes. After heating, the sample is spontaneously cooled and taken out, fully washed with 500 cc of boiling water and boiled in 5 to 10% hydrochloric acid solution for 5 minutes, washed with hot water, filtered and dried at 110° C for 2 hours to obtain the activated carbon having 1000 m<sup>2</sup>/g or more of specific surface area.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

18.09.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision]

Not Available Copy

Not Available Copy

of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1] (1) The manufacture approach of the activated carbon which grinds a waste tire, prepares a chip, is immersed into potassium carbonate and/or a sodium-carbonate solution in (2) this chip after that, subsequently considers as carbide by mixing and heating the above-mentioned chip, potassium hydroxide, and/or sodium hydroxide after (3) immersion, and is characterized by washing (4) this carbide after that.

[Claim 2] The above-mentioned potassium carbonate and/or a sodium-carbonate solution are the manufacture approach of the activated carbon according to claim 1 which is the washing waste fluid obtained by washing the above-mentioned carbide in the above (4).

[Claim 3] The manufacture approach of activated carbon according to claim 1 or 2 that the ratio of the weight of the carbon in the above-mentioned chip and the weight of the above-mentioned potassium hydroxide is 1: (3 or less) in the above (3).

[Claim 4] The manufacture approach of activated carbon according to claim 1 to 3 of heating under nitrogen-gas-atmosphere mind in the above (3).

[Claim 5] The manufacture approach of the activated carbon according to claim 1 to 4 which carries out soak cleaning of the above-mentioned carbide with an acidic solution in the above (4).

[Claim 6] The manufacture approach of activated carbon according to claim 1 to 5 that the specific surface area of the activated carbon obtained by heating by mixing the above-mentioned chip and a potassium hydroxide in the above (3) is more than 1000m<sup>2</sup>/g.

[Claim 7] (1) Activated carbon which grinds a waste tire, prepares a chip, is immersed into potassium carbonate and/or a sodium-carbonate solution in (2) this chip after that, subsequently considers as carbide by mixing and heating the above-mentioned chip, potassium hydroxide, and/or sodium hydroxide after (3) immersion, and is characterized by being obtained by washing (4) this carbide after that.

[Claim 8] Activated carbon according to claim 7 whose specific surface area it heats by mixing the above-mentioned chip and a potassium hydroxide in the above (3), and is more than 1000m<sup>2</sup>/g.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] About activated carbon and its manufacture approach, in more detail, in a manufacture process, it uses a waste tire as a raw material, and there is little this invention about the amount of the potassium hydroxide to be used and/or a sodium hydroxide, and it is obtained by the manufacture approach of the activated carbon which can manufacture activated carbon with a large specific surface area by short-time baking, and its approach, and its specific surface area is large and it relates to activated carbon with few contents of a heavy-metal component.

[0002]

[Description of the Prior Art] Since there is a property to adsorb the matter, activated carbon is widely used as a deodorant, a purification agent of a solution, etc. And conventionally as the manufacture approach of activated carbon, fruits husks or coal, such as a carbonaceous ingredient, for example, wood, and coconut husks, etc. is manufactured as a raw material.

[0003] Moreover, the yield of a waste tire is increasing rapidly with the spread of automobiles in recent years, and since it is moreover becoming difficult from problems, such as a throughput of a disposal field, to only carry out disposal of the all, the effective reuse approach of a waste tire is examined. From this viewpoint, the manufacture approach of the activated carbon which used the waste tire as the raw material is proposed (JP,4-292409,A, JP,2000-302427,A).

[0004] For example, according to JP,4-292409,A, the method of manufacturing activated carbon by chip-izing a waste tire, mixing this and alkali-metal salts, such as a potassium hydroxide, and heating at 600-700 degrees C is indicated, but the specific surface area of the activated carbon obtained in this case has stopped at the level of 450m<sup>2</sup>/g. Moreover, if the amount of the potassium hydroxide to be used becomes extensive, when becoming cost quantity, in case it scales up especially, it becomes a failure from a potassium hydroxide etc. being the matter which handling takes cautions. Furthermore, there is a problem that it becomes difficult to obtain activated carbon easily when becoming cost quantity too since the facility according to it is needed if heating time becomes long. Then, conventionally, the method of manufacturing the activated carbon of the quality excellent more economically and easily is searched for by using a waste tire as a raw material.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention is made in view of the above-mentioned actual condition, and a waste tire is used as a raw material, in a manufacture process, it is few in the amount of the potassium hydroxide to be used and/or a sodium hydroxide, and is obtained by the manufacture approach of the activated carbon which can

manufacture activated carbon with a large specific surface area by short-time baking, and its approach, and specific surface area is large and it aims at offering activated carbon with few contents of a heavy-metal component.

[0006]

[Means for Solving the Problem] As a result of inquiring wholeheartedly in order the above-mentioned purpose, when this invention person mixed and heated the chip and the potassium hydroxide of a waste tire which ground and processed [ desteel ], while he could reduce the amount of the potassium hydroxide used by carrying out immersion processing of this chip in potassium carbonate and/or a sodium-carbonate solution beforehand, and/or a sodium hydroxide, he finds out that activated carbon with a large specific surface area can manufacture with short-time heating, and came to complete this invention.

[0007] The manufacture approach of the activated carbon of this invention grinds (1) waste tire, prepares a chip, is immersed into potassium carbonate and/or a sodium-carbonate solution in (2) this chip after that, subsequently uses it as carbide by mixing and heating the above-mentioned chip, potassium hydroxide, and/or sodium hydroxide after (3) immersion, and is characterized by washing (4) this carbide after that. Moreover, the activated carbon of this invention grinds (1) waste tire, prepares a chip, is immersed into potassium carbonate and/or a sodium-carbonate solution in (2) this chip after that, subsequently uses it as carbide by mixing and heating the above-mentioned chip, potassium hydroxide, and/or sodium hydroxide after (3) immersion, and is characterized by being obtained by washing (4) this carbide after that.

[0008]

[Effect of the Invention] While being able to reduce the amount of the potassium hydroxide to be used and/or a sodium hydroxide in a production process according to the manufacture approach of the activated carbon of this invention, even if it also shortens heating time, specific surface area is large and activated carbon excellent in the quality target which does not contain impurities, such as heavy metal, can be manufactured. Moreover, since according to the manufacture approach of the activated carbon of this invention a waste tire is used as a raw material, a waste tire can be reused effectively and the washing waste fluid produced in the production process of activated carbon can also be reused effectively, the amount of abandonment of a penetrant remover can also be reduced. Furthermore, according to the activated carbon of this invention, specific surface area should be large and it should excel in the quality target which does not contain impurities, such as heavy metal.

[0009]

[Embodiment of the Invention] This invention is explained below at a detail.

By the manufacture approach of the activated carbon of <process (1)> this invention, the waste tire which is a raw material is ground as a process (1), and a chip is prepared. As long as it can grind about the grinding approach, there is especially no limitation and a well-known grinder can grind it. Moreover, in consideration of the terms and conditions of a facility etc., it can consider as various magnitude also with the chip size obtained, and is usually 3-5mm angle extent.

[0010] Moreover, when metals, such as a wire, are usually contained in the tire and this metal remains, and it heats with a potassium hydroxide and/or a sodium hydroxide in the below-mentioned process (3), since it is dangerous, in this process (1), it is desirable [ hydrogen gas is generated in large quantities, and ] to perform desteel processing. As this desteel process, it can carry out using a well-known magnetic separator, for example.

[0011] By the manufacture approach of the activated carbon of <process (2)> this invention, the chip prepared in the above-mentioned process (1) is immersed into potassium carbonate

and/or a sodium-carbonate solution. In case dirt, such as oil which has adhered to the waste tire by having this process, is not only removable, but a chip, a potassium hydroxide, and/or a sodium hydroxide are mixed and heated by making potassium carbonate and/or a sodium carbonate adhere to a chip front face, even if it reduces the amount of the potassium hydroxide to be used and/or a sodium hydroxide and shortens heating time, the activated carbon which has a still higher specific surface area can be manufactured.

[0012] By the manufacture approach of the activated carbon of this invention, since potassium carbonate and/or a sodium carbonate arise in case a chip, a potassium hydroxide, and/or a sodium hydroxide are mixed and heated at the process (3) mentioned later, the washing waste fluid containing potassium carbonate and/or a sodium carbonate arises by washing the sample after heating. Then, although what was made to dissolve potassium carbonate and/or a sodium carbonate in drainage system solvents, such as water, and was prepared as the above "potassium carbonate and/or a sodium-carbonate solution" in the above-mentioned process (2) may be used, the washing waste fluid which contains the potassium carbonate and/or the sodium carbonate which were produced at the process (3) as mentioned above may be used. Since the washing waste fluid produced in the manufacture process of activated carbon is effectively reusable by this, it is desirable.

[0013] As the above "potassium carbonate and/or a sodium-carbonate solution", although the solution of the mixture of potassium carbonate independence, a sodium-carbonate independent, or both is contained, when it is especially a potassium carbonate solution, since specific surface area of the activated carbon obtained can be enlarged more, it is desirable. although there is especially no limitation about the potassium carbonate and/or sodium-carbonate concentration in moreover, above-mentioned "potassium carbonate and/or an above-mentioned sodium-carbonate solution" -- usually -- 0.1-2M -- desirable -- 0.2-1.5M -- it is 0.5-1.0M still more preferably. By considering as this range, it has moderate viscosity and the above-mentioned concentration is suitable on handling for the strong base. Especially when using the washing waste fluid containing the potassium carbonate and/or the sodium carbonate which were produced at the process (3) mentioned later as the above "potassium carbonate and/or a sodium-carbonate solution", concentration can be adjusted by removing a solvent with heating etc. suitably.

[0014] In a process (2), when the chip obtained at the above-mentioned process (1) is immersed above "potassium carbonate and/or a sodium-carbonate solution", there is especially no limitation about immersion conditions. For example, immersion temperature can also be performed, heating, although carried out by usually stirring about about 5 to 10 minutes in ordinary temperature. After immersion of the chip concerned is completed, where humidity is carried out, you may use for the following process (3), without using for the following process (3) and making it dry, since a chip is dried by air drying or the forced drying.

[0015] By the manufacture approach of the activated carbon of <process (3)> this invention, after potassium carbonate and/or a sodium-carbonate solution wash the chip of a waste tire, the above-mentioned chip, potassium hydroxide, and/or sodium hydroxide after washing are mixed and heated. While carbonizing a chip according to this process, by corrosive [ of a potassium hydroxide and/or a sodium hydroxide ], the specific surface area of carbide can be raised and it can consider as activated carbon.

[0016] While being able to prevent that the carbide which can perform the heating process of a chip easily and is obtained adheres to an instrument as mentioned above in the process (3) of this invention if especially a potassium hydroxide is used although the mixture of

potassium-hydroxide independence, a sodium-hydroxide independent, or both can be used, since specific surface area of the activated carbon obtained can be enlarged more, it is desirable. Moreover, when using both together, about the mixed ratio, a potassium-hydroxide:sodium hydroxide is usually : (9-4) (1-6). By considering as this range, since specific surface area of the activated carbon obtained can be enlarged more, it is desirable.

[0017] In the above-mentioned process (3), there is especially no limitation about the mixed rate of the above-mentioned chip, a potassium hydroxide, and/or a sodium hydroxide, and it can consider as various range. Usually, although the above-mentioned chip, a potassium hydroxide, and/or a sodium hydroxide are mixed so that a ratio with the weight of the weight of the carbon in the above-mentioned chip, the above-mentioned potassium hydroxide, and/or a sodium hydroxide may be set to 1:4, in the manufacture approach of the activated carbon of this invention, the amount of a potassium hydroxide and/or the sodium hydroxide used can be reduced by passing through the above-mentioned process (2). concrete -- a ratio with the weight of the weight of the carbon in the above-mentioned chip, the above-mentioned potassium hydroxide, and/or a sodium hydroxide -- 1: (3 or less) -- desirable -- 1: (2.8 or less) -- it can consider as 1: (2.7 or less) still more preferably. Since the activated carbon of the property which could reduce the amount of the potassium hydroxide which requires cautions, and/or the sodium hydroxide used to handling, and was cheaply [ easily and ] excellent in it by this can be manufactured, it is desirable. Furthermore, the process of middle heating of maintaining about about 30 minutes at about 380 degrees C can be skipped.

[0018] About the heating conditions in the above-mentioned process (3), there is especially no limitation and it can be heated on condition that versatility. For example, about whenever [ stoving temperature ], 800-950 degrees C is usually 880-920 degrees C preferably, and heating time is usually 60 - 90 minutes preferably for 50 to 120 minutes. By the manufacture approach of the activated carbon of this invention, even if it is heating time [ in this way ] shorter than before, it can consider as outstanding activated carbon with a fully large specific surface area. Moreover, if the bottom of the ambient atmospheres (nitrogen, an argon, helium, etc.) of inert gas is desirable, for example, it carries out under nitrogen-gas-atmosphere mind as a heating ambient atmosphere, since the specific surface area of the activated carbon obtained can be raised, it is desirable.

[0019] By the manufacture approach of the activated carbon of <process (4)> this invention, the carbide obtained in the above-mentioned process (3) is washed. By having this process, the component which remains on the front face of the carbide obtained in the above-mentioned process (3) is removable.

[0020] In the process (4) of this invention, there is especially no limitation about the penetrant remover used in case carbide is washed, and drainage system solvents, such as water and hot water, are usually used. As a result of obtaining the washing waste fluid which contains potassium carbonate and/or a sodium carbonate as mentioned above by this and being able to reuse this in the above-mentioned process (2), since washing waste fluid can be used effectively, it is desirable. Moreover, there is especially no limitation also about the washing approach and conditions, and it can consider as various approach and conditions according to a concrete situation.

[0021] Moreover, if soak cleaning of the above-mentioned carbide is carried out using an acidic solution as a penetrant remover, while being able to carry out the neutralization removal of the alkali components, such as potassium carbonate which remains on the front face of the carbide

obtained in the above-mentioned process (3), since heavy-metal components, such as zinc which remained in the chip, are removable, it is desirable. About the class of above "an acidic solution", and a property, as long as it is acidity, there is especially no limitation. For example, as a class of acidic solution, a hydrochloric acid and a sulfuric-acid water solution are mentioned, and a hydrochloric-acid water solution is usually used in this. Moreover, although it can adjust suitably also about the concentration of the above "an acidic solution", it is usually 5 – 10% of range preferably 5 to 20%. In addition, about the activated carbon obtained by processing by the acidic solution, in order to remove an adhering acidic component etc. after that, washing with distilled water etc. suitably is desirable. There is especially no limitation about this washing approach and condition.

[0022] In the process (4) of this invention, there may not be especially a limit about the desiccation conditions of the activated carbon after washing, either, and an air drying is sufficient, and it is good also by stoving using a dryer etc.

[0023] There are few amounts of the potassium hydroxide to be used and/or a sodium hydroxide, the activated carbon of this invention is obtained by the manufacture approach of the activated carbon of above-mentioned this invention, even if heating time is short, specific surface area is large [ activated carbon ], and it is excellent in the quality target which does not contain impurities, such as heavy metal. Specifically, specific surface area can carry out to more than 1050m<sup>2</sup>/g preferably more than 1000m<sup>2</sup>/g. If it heats by mixing the above-mentioned chip and a potassium hydroxide in the above-mentioned process (3) especially, since specific surface area can be easily made into the above-mentioned range, it is desirable.

[0024]

[Example] Hereafter, an example is given and this invention is explained concretely. In addition, in this invention, it is not restricted to what is shown in the following concrete examples, but can consider as the example variously changed according to the purpose and the application.

(1) As the example 1 of a comparison, and an example of 2 comparisons, activated carbon was manufactured except for the process (2) of this invention. The waste tire was crushed using the tire crusher, and desteeel-ization was performed using the magnetic separator, it crushed further, and the chip of 3–5mm angle extent was prepared. And activated carbon was manufactured using the manufacturing installation of the activated carbon shown in drawing 1 . That is, the above-mentioned chip 4.5g and 18g of potassium hydroxides were mixed, the sample was prepared, and this sample 1 (refer to drawing 1 ) was divided and put on two boats 2 made from a ceramic. Next, the two above-mentioned boats 2 made from a ceramic were put in near the center of the tube 3 (the bore of 37mm, die length of 600mm) made from a ceramic, the both sides were sealed with the silicon cap 4, subsequently to the center of this silicon cap 4 the hole was opened, and the air supply and exhaust pipe 5 was inserted about 1cm from both sides.

[0025] Then, aeration of the nitrogen gas is carried out by part for 0.5–0.6l./from one side of an air supply and exhaust pipe 5, and it escaped from another side to the gas holder 6. And it heated by equipping an electric furnace 7 with the above-mentioned tube 3 made from a ceramic. Heating was raised from ordinary temperature to 380 degrees C (duration about 7 minutes), held 380 degrees C for 30 minutes, raised them from 380 more degrees C to 880 degrees C (duration about 24 minutes), and held 880 degrees C for 100 minutes. After heating termination, the above-mentioned boat 3 made from a ceramic was made to cool naturally, the sample 1 on a boat was taken out, and about 500 cc boiling water washed enough (this penetrant remover is called "A liquid"). Boiling washing was carried out for about 5 minutes in



the solution of hydrochloric acid further 5 to 10% after filtration, the warm water after filtration washed lightly, it dried at 110 degrees C after filtration for 2 hours, and the activated carbon of the example 1 of a comparison was obtained. Moreover, as heating conditions, make it go up at a stretch from ordinary temperature to 880 degrees C (duration about 37 minutes), and 880 degrees C is held for 100 minutes, and also it is the same condition and approach as the above, and the activated carbon of the example 2 of a comparison was obtained.

[0026] (2) The potassium carbonate solution of 0.5–1M was prepared by heating A liquid obtained in the example 1 and the example of the 2 above-mentioned comparison, and evaporating moisture (henceforth "B liquid"). And the chip was prepared in the same procedure as the above-mentioned example of reference, subsequently to the inside of the above-mentioned B liquid, it was immersed and this chip was stirred about about 5 to 10 minutes. And the above-mentioned chip was picked out from the above-mentioned B liquid, this chip 4.5g and 12g of potassium hydroxides were mixed, and the sample concerning an example was prepared.

[0027] Next, activated carbon was manufactured as well as the case of the above-mentioned example of a comparison using the manufacturing installation of the activated carbon shown in drawing 1. That is, the sample 1 (refer to drawing 1) was put on two boats 2 made from a ceramic, it put in near the center of the tube 3 made from a ceramic, aeration of the nitrogen gas was carried out, and it heated with the electric furnace 7. Heating made it go up at a stretch from ordinary temperature to 920 degrees C (duration about 40 minutes), and held 920 degrees C for 75 minutes. The same procedure as the case of the above-mentioned example of a comparison performed washing, hydrochloric-acid processing, and desiccation after heating termination, and the activated carbon of an example 1 was obtained. Moreover, after raising from ordinary temperature to 380 degrees C (duration about 7 minutes) and holding 380 degrees C for 30 minutes as heating conditions, it raised from 380 more degrees C to 920 degrees C (duration about 27 minutes), and 920 degrees C was held for 75 minutes, and also the activated carbon of an example 2 was obtained by the same condition and approach as an example 1.

[0028] (3) About the activated carbon of the evaluation above-mentioned example and the example of a comparison, by the product "auto SOBU -1" made from can TAKUROMU, the nitrogen amount of adsorption (phase counter pressure: 0.1–0.3) in liquid nitrogen temperature was measured, and it asked for specific surface area with the BET adsorption method. In addition, measurement was performed after drying the sample at 110–120 degrees C for 3 hours, finding weight, and carrying out reduced pressure deaeration at 120 degrees C. The result was summarized in the following table 1.

[0029]

[Table 1]

[0030] Moreover, it investigated [ activated carbon / of an example 1 ] about the class of

content element according to X-ray fluorescence analysis. Consequently, C, Cl, K, S, Si, calcium, aluminum, and Fe were detected as a detection element.

[0031] (4) In the examples 1 and 2 of a comparison which have not been immersed in a potassium carbonate solution from a result table 1, specific surface area was 1230 and 1010m<sup>2</sup>/g. In the example 1 of a comparison which went up and held and was subsequently made to go up and hold from ordinary temperature to 880 degrees C from ordinary temperature to 380 to being 1010m<sup>2</sup>/g in the example 2 of a comparison heated to 880 degrees C especially to a breath, it was 1230m<sup>2</sup>/g.

[0032] On the other hand, in the examples 1 and 2, although there is little amount of the potassium hydroxide used and heating time is shorter than the examples 1 and 2 of a comparison, it turns out that specific surface area is 1080 and 1090m<sup>2</sup>/g, and it is activated carbon of the outstanding property which is not inferior to the examples 1 and 2 of a comparison. When the examples 1 and 2 of a comparison are contrasted especially as mentioned above, in the examples 1 and 2, it turns out to specific surface area changing a lot with 1230m<sup>2</sup>/g to 1010m<sup>2</sup>/g only by heating conditions changing that it can consider as the specific surface area which the width of face of 1090m<sup>2</sup>/g to 1080m<sup>2</sup>/g and change was small even if heating conditions changed, and was not based on heating conditions, but was stabilized. Furthermore, in the examples 1 and 2, since the washing waste fluid produced by washing of the activated carbon of the above-mentioned examples 1 and 2 of a comparison is reused as a potassium carbonate solution, it turns out that washing waste fluid is effectively reusable. Moreover, according to X-ray fluorescence analysis, as a result of investigating about the class of content element, heavy metal, such as Zn and Cr, was not detected.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DESCRIPTION OF DRAWINGS**

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the explanatory view of the manufacturing installation of the activated carbon used by this example.

[Description of Notations]

1; a sample, 2; boat, the tube made from 3; ceramic, 4; silicon cap, 5; air supply and exhaust pipe, 6; gas holder, 7; electric furnace, 8; thermometer.

---

[Translation done.]

This Page Blank (uspto)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2003-34518  
(P2003-34518A)

(43) 公開日 平成15年2月7日 (2003.2.7)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	ターミナル (参考)
C 0 1 B 31/12		C 0 1 B 31/12	4 G 0 4 6

審査請求 有 請求項の数 8 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2001-220319 (P2001-220319)

(22) 出願日 平成13年7月19日 (2001.7.19)

(71) 出願人 500514166

山崎 則幸

滋賀県愛知郡愛知川町大字愛知川1275-1

(74) 上記1名の代理人 100094190

弁理士 小島 清路 (外1名)

(71) 出願人 500514155

瀬古 三男

滋賀県近江八幡市市井町2棟の210番地301号

(74) 上記1名の代理人 100094190

弁理士 小島 清路

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 活性炭及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 廃タイヤを原料に、使用するKOHの量を少なく、短時間の加熱で比表面積が大きい活性炭を製造できる活性炭の製造方法及び活性炭を提供する。

【解決手段】 本発明の活性炭の製造方法は、廃タイヤを破碎・脱スチール化して3~5mm角程度のチップとし、次いで、該チップを0.5~1Mの炭酸カリウム溶液中に浸漬して約5~10分程度攪拌する。その後、該チップ4.5gと水酸化カリウム12gとを混合して試料を調製し、該試料をボートに載せ、該ボートをチューブに入れ、窒素ガスを通気して電気炉により常温から920℃まで一気に上昇させ（所要時間約40分）、920℃を75分保持して加熱した。加熱終了後、自然冷却させて試料を取り出し、約500ccの熱湯にて十分洗浄し、さらに5~10%塩酸溶液にて約5分間煮沸洗浄し、温水にて洗浄し、ろ過後110℃で2時間乾燥して比表面積が1000m<sup>2</sup>/g以上の活性炭を得る。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (1) 廃タイヤを粉碎してチップを調製し、その後、(2) 該チップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液中に浸漬し、次いで、(3) 浸漬後の上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムとを混合して加熱することにより炭化物とし、その後、(4) 該炭化物を洗浄することを特徴とする活性炭の製造方法。

【請求項2】 上記炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液は、上記(4)において上記炭化物を洗浄することにより得られる洗浄廃液である請求項1記載の活性炭の製造方法。

【請求項3】 上記(3)において、上記チップ中の炭素の重量と上記水酸化カリウムの重量との比が1:(3以下)である請求項1又は2記載の活性炭の製造方法。

【請求項4】 上記(3)において、窒素雰囲気下で加熱を行う請求項1乃至3のいずれかに記載の活性炭の製造方法。

【請求項5】 上記(4)において、上記炭化物を酸性溶液により浸漬洗浄する請求項1乃至4のいずれかに記載の活性炭の製造方法。

【請求項6】 上記(3)において、上記チップと水酸化カリウムとを混合して加熱を行い、得られる活性炭の比表面積が $1000\text{ m}^2/\text{g}$ 以上である請求項1乃至5のいずれかに記載の活性炭の製造方法。

【請求項7】 (1) 廃タイヤを粉碎してチップを調製し、その後、(2) 該チップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液中に浸漬し、次いで、(3) 浸漬後の上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムとを混合して加熱することにより炭化物とし、その後、(4) 該炭化物を洗浄することにより得られることを特徴とする活性炭。

【請求項8】 上記(3)において、上記チップと水酸化カリウムとを混合して加熱を行い、且つ比表面積が $1000\text{ m}^2/\text{g}$ 以上である請求項7記載の活性炭。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は活性炭及びその製造方法に関し、更に詳しくは、廃タイヤを原料とし、製造過程において、使用する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの量を少なく、且つ短時間の焼成で比表面積が大きい活性炭を製造することができる活性炭の製造方法及びその方法により得られ、比表面積が大きく、重金属成分の含有量が少ない活性炭に関する。

## 【0002】

【従来の技術】活性炭は物質を吸着する性質があることから、脱臭剤、溶液の精製剤等として広く使用されている。そして従来より、活性炭の製造方法としては、炭素質材料、例えば木材や椰子殻等の果実殻あるいは石炭等を原料として製造されている。

【0003】また、近年は自動車の普及にともなって廃タイヤの発生量が急増しており、しかも、処分場の処理能力等の問題から、その全てを単に廃棄処分することが困難となりつつあることから、廃タイヤの有効な再利用方法が検討されている。かかる観点から、廃タイヤを原料とした活性炭の製造方法が提案されている(特開平4-292409号公報、特開2000-302427号公報)。

【0004】例えば、特開平4-292409号公報によれば、廃タイヤをチップ化し、これと水酸化カリウム等のアルカリ金属塩とを混合して $600\sim 700^\circ\text{C}$ で加熱することにより活性炭を製造する方法が記載されているが、この場合、得られる活性炭の比表面積は $450\text{ m}^2/\text{g}$ のレベルに留まっている。また、用いる水酸化カリウム等の量が大量になると、コスト高となる上、水酸化カリウム等が取り扱いに注意を要する物質であることから、特にスケールアップする際に障害となる。更に、加熱時間が長くなると、それに応じた設備が必要となるため、やはりコスト高となる上、容易に活性炭を得ることが難しくなるという問題がある。そこで従来より、廃タイヤを原料として、より経済的且つ容易に優れた品質の活性炭を製造することができる方法が求められている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記実情に鑑みてなされたものであり、廃タイヤを原料とし、製造過程において、使用する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの量を少なく、且つ短時間の焼成で比表面積が大きい活性炭を製造することができる活性炭の製造方法及びその方法により得られ、比表面積が大きく、重金属成分の含有量が少ない活性炭を提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者は上記目的を達成すべく鋭意検討した結果、粉碎・脱スチール処理した廃タイヤのチップと水酸化カリウムとを混合して加熱する際に、予め該チップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液中にて浸漬処理することにより、使用する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの量を減らすことができると共に、短時間の加熱で比表面積が大きい活性炭を製造することができることを見出して本発明を完成するに至った。

【0007】本発明の活性炭の製造方法は、(1) 廃タイヤを粉碎してチップを調製し、その後、(2) 該チップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液中に浸漬し、次いで、(3) 浸漬後の上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムとを混合して加熱することにより炭化物とし、その後、(4) 該炭化物を洗浄することを特徴とする。また、本発明の活性炭は、

(1) 廃タイヤを粉碎してチップを調製し、その後、

(2) 該チップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液中に浸漬し、次いで、(3) 浸漬後の上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムとを混合して加熱することにより炭化物とし、その後、(4) 該炭化物を洗浄することにより得られることを特徴とする。

#### 【0008】

【発明の効果】本発明の活性炭の製造方法によれば、製造工程において、使用する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの量を減らすことができると共に、加熱時間も短縮しても比表面積が大きく、且つ重金属等の不純物を含有しない品質的に優れた活性炭を製造することができる。また、本発明の活性炭の製造方法によれば、廃タイヤを原料とするため、廃タイヤを有効に再利用することができ、活性炭の製造工程で生じた洗浄廃液も有効に再利用できるので、洗浄液の廃棄量も低減することができる。更に、本発明の活性炭によれば、比表面積が大きく、且つ重金属等の不純物を含有しない品質的に優れたものとすることができる。

#### 【0009】

【発明の実施の形態】本発明について、以下に詳細に説明する。

<工程(1)>本発明の活性炭の製造方法では、工程(1)として、原料である廃タイヤを粉砕してチップを調製する。粉砕方法については粉砕できる限り特に限定はなく、公知の粉砕機によって粉砕することができる。また、得られるチップの大きさについても、設備等の諸条件を考慮して種々の大きさとすることができ、通常は3～5mm角程度である。

【0010】また、タイヤ中には通常、ワイヤー等の金属が含まれており、かかる金属が残存していると、後述の工程(3)において、水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムと加熱した際に水素ガスが大量に発生して危険であることから、この工程(1)において、脱スチール処理を行っておくことが好ましい。かかる脱スチール工程としては、例えば、公知の磁選機を用いて行うことができる。

【0011】<工程(2)>本発明の活性炭の製造方法では、上記工程(1)において調製されたチップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液中に浸漬する。かかる過程を備えることにより、廃タイヤに付着している油分等の汚れを除去できるだけでなく、チップ表面に炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムを付着させることにより、チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムとを混合して加熱する際、使用する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの量を減らし、加熱時間を短縮しても、なお高い比表面積を有する活性炭を製造することができる。

【0012】本発明の活性炭の製造方法では、後述する工程(3)でチップと水酸化カリウム及び／又は水酸化

ナトリウムとを混合して加熱する際、炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムが生じるので、加熱後の試料を洗浄することにより、炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムを含有する洗浄廃液が生じる。そこで、上記工程(2)における上記「炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液」としては、水等の水系溶媒に炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムを溶解させて調製したものをを用いてもよいが、上記のように、工程(3)で生じた炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムを含有する洗浄廃液を用いてもよい。これにより、活性炭の製造過程で生じた洗浄廃液を有効に再利用することができるので好ましい。

【0013】上記「炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液」としては、炭酸カリウム単独、炭酸ナトリウム単独又は両者の混合物の溶液が含まれるが、特に炭酸カリウム溶液とすると、得られる活性炭の比表面積をより大きくすることができるので好ましい。また、上記「炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液」中の炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム濃度については特に限定はないが、通常は0.1～2M、好ましくは0.2～1.5M、更に好ましくは0.5～1.0Mである。かかる範囲とすることにより、適度な粘度を有し、強アルカリのため取扱い上、上記濃度が適している。特に、後述する工程(3)で生じた炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムを含有する洗浄廃液を上記「炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液」として用いる場合は、適宜加熱等により溶媒を除去することにより濃度を調節することができる。

【0014】工程(2)において、上記工程(1)で得られたチップを上記「炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液」に浸漬する場合、浸漬条件については特に限定はない。例えば、浸漬温度は通常は常温で約5～10分程度攪拌することにより行われるが、加熱しながら行うこともできる。当該チップの浸漬が終了した後は、チップを自然乾燥又は強制乾燥により乾燥させてから次の工程(3)に用いてもよく、また、乾燥させることなく湿潤した状態で次の工程(3)に用いてもよい。

【0015】<工程(3)>本発明の活性炭の製造方法では、廃タイヤのチップを炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウム溶液で洗浄した後、洗浄後の上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムとを混合して加熱する。かかる工程により、チップを炭化すると共に、水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの腐蝕性により、炭化物の比表面積を向上させて活性炭とすることができる。

【0016】本発明の工程(3)においては、上記のように、水酸化カリウム単独、水酸化ナトリウム単独又は両者の混合物を使用できるが、特に水酸化カリウムを用いると、チップの加熱工程を容易に行うことができ、得られる炭化物が器具に付着することを防止できると共

に、得られる活性炭の比表面積をより大きくすることができるので好ましい。また、両者を併用する場合、その混合比率については通常水酸化カリウム：水酸化ナトリウムが(9~4)：(1~6)である。かかる範囲とすることにより、得られる活性炭の比表面積をより大きくすることができるので好ましい。

【0017】上記工程(3)において、上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの混合割合については特に限定はなく、種々の範囲とすることができる。通常は、上記チップ中の炭素の重量と上記水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの重量との比を1：4となるように上記チップと水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムを混合するが、本発明の活性炭の製造方法においては、上記工程(2)を経ることにより、水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの使用量を低減することができる。具体的には、上記チップ中の炭素の重量と上記水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの重量との比を1：(3以下)、好ましくは1：

(2.8以下)、更に好ましくは1：(2.7以下)とすることができる。これにより、取り扱いに注意を要する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの使用量を減らすことができ、容易且つ安価に優れた性質の活性炭を製造することができるので好ましい。更に、約380℃で約30分程度維持するという中間加熱の工程を省略できる。

【0018】上記工程(3)における加熱条件については特に限定はなく、種々の条件で加熱することができる。例えば、加熱温度については通常800~950℃、好ましくは880~920℃であり、加熱時間は通常50~120分、好ましくは60~90分である。本発明の活性炭の製造方法では、このように従来よりも短い加熱時間であっても十分に比表面積の大きい優れた活性炭とすることができる。また、加熱雰囲気としては不活性ガス(窒素、アルゴン、ヘリウム等)の雰囲気下が好ましく、例えば窒素雰囲気下で行うと、得られる活性炭の比表面積を向上させることができるので好ましい。

【0019】<工程(4)>本発明の活性炭の製造方法では、上記工程(3)において得られた炭化物を洗浄する。かかる過程を備えることにより、上記工程(3)において得られた炭化物の表面に残存している成分を除去することができる。

【0020】本発明の工程(4)において、炭化物を洗浄する際に用いる洗浄液については特に限定はなく、通常は水、熱水等の水系溶媒が用いられる。これにより、上記のように炭酸カリウム及び／又は炭酸ナトリウムを含有する洗浄廃液が得られ、これを上記工程(2)において再利用することができる結果、洗浄廃液を有効に利用できるので好ましい。また、洗浄方法・条件についても特に限定はなく、具体的状況に応じて種々の方法・条件とすることができる。

【0021】また、洗浄液として、酸性溶液を用い、上記炭化物を浸漬洗浄すると、上記工程(3)において得られた炭化物の表面に残存している炭酸カリウム等のアルカリ成分を中和除去できると共に、チップ中に残存していた亜鉛等の重金属成分を除去することができるので好ましい。上記「酸性溶液」の種類、性質等については、酸性である限り特に限定はない。例えば、酸性溶液の種類としては、塩酸、硫酸水溶液が挙げられ、この中で通常は塩酸水溶液が用いられる。また、上記「酸性溶液」の濃度についても適宜調整することができるが、通常は5~20%、好ましくは5~10%の範囲である。尚、酸性溶液による処理により得られた活性炭については、その後、付着している酸性成分等を除去するために、適宜蒸留水等により洗浄することが好ましい。この洗浄方法・条件については特に限定はない。

【0022】本発明の工程(4)において洗浄後の活性炭の乾燥条件についても特に制限はなく、自然乾燥でもよく、また、乾燥機等を用いた加熱乾燥によってもよい。

【0023】本発明の活性炭は、上記本発明の活性炭の製造方法により得られるものであり、使用する水酸化カリウム及び／又は水酸化ナトリウムの量が少なく、加熱時間が短くても比表面積が大きく、且つ重金属等の不純物を含有しない品質的に優れている。具体的には、比表面積が1000m<sup>2</sup>/g以上、好ましくは1050m<sup>2</sup>/g以上とすることができる。特に、上記工程(3)において、上記チップと水酸化カリウムとを混合して加熱を行うと、容易に比表面積を上記範囲とすることができるので好ましい。

【0024】

【実施例】以下、本発明について、実施例を挙げて具体的に説明する。尚、本発明においては、以下の具体的実施例に示すものに限られず、目的、用途に応じて種々変更した実施例とすることができる。

(1)比較例1及び2

比較例として、本発明の工程(2)を除いて活性炭の製造を行った。廃タイヤをタイヤ破砕機を用いて破砕し、磁選機を用いて脱スチール化を行い、更に破砕を行って3~5mm角程度のチップを調製した。そして、図1に示す活性炭の製造装置を用いて活性炭の製造を行った。即ち、上記チップ4.5gと水酸化カリウム18gとを混合して試料を調製し、該試料1(図1参照)を2個のセラミック製ポート2に分割して載せた。次に、2個の上記セラミック製ポート2をセラミック製チューブ3(内径37mm、長さ600mm)の中央付近に入れ、その両側をシリコンキャップ4で密閉し、次いで該シリコンキャップ4の中央に孔を開け、送排気管5を両側より1cm程度挿入した。

【0025】その後、送排気管5の一方から窒素ガスを0.5~0.6リットル/分で通気し、他方からガスホ



ルダ-6へ抜けるようにした。そして、上記セラミック製チューブ3を電気炉7に装着して加熱を行った。加熱は常温から380℃まで上げ(所要時間約7分)、380℃を30分保持し、更に380℃から880℃まで上げ(所要時間約24分)、880℃を100分保持した。加熱終了後、上記セラミック製ポート3を自然冷却させてポート上の試料1を取り出し、約500ccの熱湯にて十分洗浄した(この洗浄液を「A液」という。)。ろ過後、さらに5~10%塩酸溶液にて約5分間煮沸洗浄し、ろ過後温水にて軽く洗浄し、ろ過後110℃で2時間乾燥して比較例1の活性炭を得た。また、加熱条件として、常温から880℃まで一気上昇させ(所要時間約37分)、880℃を100分保持する他は上記と同じ条件・方法で、比較例2の活性炭を得た。

#### 【0026】(2)実施例1及び2

上記比較例で得られたA液を加熱し、水分を蒸発させることにより、0.5~1Mの炭酸カリウム溶液を調製した(以下、「B液」という。)。そして、上記参考例と同じ手順でチップを調製し、次いで該チップを上記B液中に浸漬して約5~10分程度攪拌した。そして、上記チップを上記B液から取り出して、該チップ4.5gと水酸化カリウム12gとを混合し、実施例に係わる試料を調製した。

【0027】次に、上記比較例の場合と同じく、図1に\*

表 1

	C:KOH比	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 浸漬	加熱条件			比表面積 (m <sup>2</sup> /g)
			380℃(30分)	880℃(100分)	925℃(75分)	
実施例1	1 : 2.7	○	—	—	○	1080
実施例2	1 : 2.7	○	○	—	○	1090
比較例1	1 : 4.0	—	○	○	—	1230
比較例2	1 : 4.0	—	—	○	—	1010

【0030】また、実施例1の活性炭について、蛍光X線分析法により、含有元素の種類について調べた。その結果、検出元素として、C、Cl、K、S、Si、Ca、Al及びFeが検出された。

#### 【0031】(4)結果

表1より、炭酸カリウム溶液に浸漬していない比較例1及び2では比表面積が1230及び1010m<sup>2</sup>/gであった。特に常温から一気880℃まで加熱した比較例2では1010m<sup>2</sup>/gであるのに対し、常温から380℃まで上昇・保持し、次いで880℃まで上昇・保持させた比較例1では1230m<sup>2</sup>/gであった。

【0032】一方、実施例1及び2では、比較例1及び2よりも水酸化カリウムの使用量が少なく、加熱時間が短いにもかかわらず、比表面積が1080及び1090m<sup>2</sup>/gであり、比較例1及び2に劣らない優れた性質の活性炭であることが判る。特に、上記のように比較例1と2とを対比すると、加熱条件が変化するだけで比表面積が1230m<sup>2</sup>/gから1010m<sup>2</sup>/gと大きく

\*示す活性炭の製造装置を用いて活性炭の製造を行った。即ち、試料1(図1参照)を2個のセラミック製ポート2に載せてセラミック製チューブ3の中央付近に入れ、窒素ガスを通気し、電気炉7により加熱を行った。加熱は常温から920℃まで一気上昇させ(所要時間約40分)、920℃を75分保持した。加熱終了後、上記比較例の場合と同じ手順で洗浄、塩酸処理、乾燥を行い、実施例1の活性炭を得た。また、加熱条件として、常温から380℃まで上げ(所要時間約7分)、380℃を30分間保持した後、更に380℃から920℃まで上げ(所要時間約27分)、920℃を75分間保持する他は実施例1と同じ条件・方法により、実施例2の活性炭を得た。

#### 【0028】(3)評価

上記実施例及び比較例の活性炭について、カンタクローム社製「オートソーブ-1」にて、液体窒素温度での窒素吸着量(相対圧:0.1~0.3)を測定し、BET法により比表面積を求めた。尚、測定は試料を110~120℃で3時間乾燥し、重量を求めた後、120℃で減圧脱気してから行った。その結果を以下の表1にまとめた。

#### 【0029】

#### 【表1】

変化するのに対し、実施例1及び2では、加熱条件が変化しても1090m<sup>2</sup>/gから1080m<sup>2</sup>/gと変化の幅が小さく、加熱条件によらず安定した比表面積とすることができることが判る。更に、実施例1及び2では、上記比較例1及び2の活性炭の洗浄により生じた洗浄廃液を炭酸カリウム溶液として再利用していることから、洗浄廃液を有効に再利用することができることが判る。また、蛍光X線分析法により、含有元素の種類について調べた結果、ZnやCr等の重金属類は検出されなかった。

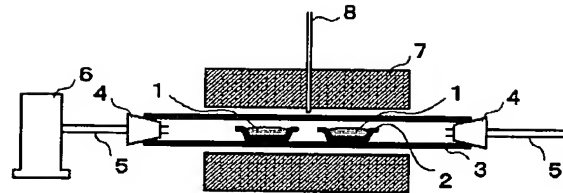
#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本実施例で用いた活性炭の製造装置の説明図である。

#### 【符号の説明】

1; 試料、2; ポート、3; セラミック製チューブ、4; シリコンキャップ、5; 送排気管、6; ガスホルダー、7; 電気炉、8; 温度計。

【図1】



---

フロントページの続き

(72)発明者 山崎 則幸

滋賀県愛知郡愛知川町大字愛知川1275-1

Fターム(参考) 4G046 HA09 HB05 HC03 HC12

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-292409

(43)Date of publication of application : 16.10.1992

(51)Int.Cl.

C01B 31/12

B01J 20/20

// C10B 53/00

(21)Application number : 03-080889

(71)Applicant : KANKYO RES:KK

(22)Date of filing : 19.03.1991

(72)Inventor : MORIMOTO MINORU

YOSHIDA HIROSHI

SANPEI SAKAE

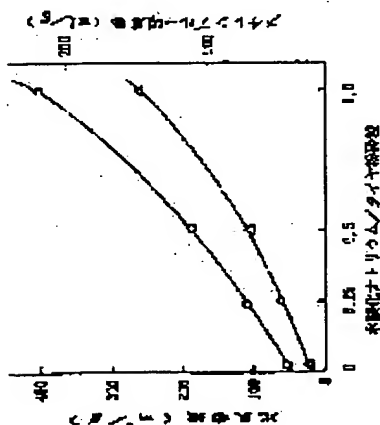
YAMADA TETSUO

## (54) PRODUCTION OF ACTIVATED CARBON USING WASTE TIRE AS RAW MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a process for producing activated carbon from waste tire at a low cost with a simple process in high thermal efficiency and to enable the effective reutilization of waste tire and the utilization of a liquid by-product of the process as a fuel.

CONSTITUTION: Waste tire is crushed to granules of about 1-3mm diameter. The granules are mixed with equal weight of powdery or liquid alkali metal salt such as sodium hydroxide and heated at 600-700° C for 60-30min in a calcination oven in the presence of nitrogen gas. The carbonized product produced by the process is washed with distilled water to remove the alkali metal salt and dried. An activated carbon having a surface area of 450m<sup>2</sup>/g and a methylene blue absorption of 150ml/g can be produced by using the crushed granule and the alkali metal salt at a mixing ratio of 1:1.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

[Kind of final disposal of application other than  
the examiner's decision of rejection or  
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-292409

(43) 公開日 平成4年(1992)10月16日

(51) Int. Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 1 B 31/12		7003-4G		
B 0 1 J 20/20	A	8516-4G		
// C 1 0 B 53/00	B	8018-4H		

審査請求 有 請求項の数 2 (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平3-80889	(71) 出願人	591087840 株式会社環境リサーチ 北海道札幌市東区北27条東14丁目1番1号
(22) 出願日	平成3年(1991)3月19日	(72) 発明者	森本 稔 北海道札幌市東区北27条東14丁目1番1号 株式会社環境リサーチ内
		(72) 発明者	吉田 博 北海道札幌市東区北27条東14丁目1番1号 株式会社環境リサーチ内
		(72) 発明者	三瓶 栄 北海道札幌市東区北27条東14丁目1番1号 株式会社環境リサーチ内
		(74) 代理人	弁理士 中村 直樹

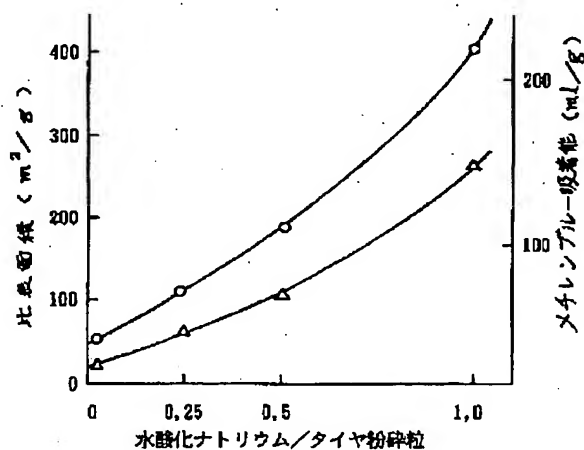
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 廃タイヤを原料とする活性炭の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 廃タイヤから活性炭を低コストで製造する方法である。廃タイヤを有効に再利用できるし、製造工程が簡単で熱効率も良い。また、製造工程中に得られる液状生成物を燃料として利用できる。

【構成】 廃タイヤを粉碎し、1～3mm程度の粉碎粒に形成する。これに等重量の粉状或は液状の水酸化ナトリウム等のアルカリ金属塩を混合し、焼成炉内でチッソガスの存在下で600～700℃で60～30分間加熱する。加熱生成された炭化物は蒸留水で洗浄してアルカリ金属塩を除去し、最後に乾燥させる。この方法によって、粉碎粒とアルカリ金属塩の混合割合を1:1にしたとき、表面積450m<sup>2</sup>/g、メチレンブルー吸着能150ml/gの活性炭を得ることができる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 廃タイヤを所定の粒度以下の粉碎粒に形成する粉碎工程と、得られた粉碎粒にアルカリ金属塩を所定量混合して付着させる混合工程と、該混合工程により得られたアルカリ金属塩付着粉碎粒を焼成炉内において不活性ガスの存在下で600～700℃の温度で所定時間加熱することにより炭化物を生成する加熱工程と、得られた炭化物を洗浄してアルカリ金属塩を除去し、乾燥する洗浄、乾燥工程とから構成してなる廃タイヤを原料とする活性炭の製造方法。

【請求項2】 前記粉碎粒に対して等重量のアルカリ金属塩を混合してなる請求項1記載の廃タイヤを原料とする活性炭の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、例えば脱臭剤、溶液の精製剤等のように気体或いは蒸気の吸着剤として用いられる活性炭の製造方法に関し、特に廃タイヤを原料とする活性炭の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】現在、自動車の普及に伴って使用済み廃棄タイヤ、即ち廃タイヤの発生量は急増している。この廃タイヤの再利用方法には例えば再生タイヤ、ゴム製加工品、燃料、輸出用タイヤ、熱分解油の回収等がある。しかし、廃タイヤを活性炭の原料として積極的に用いる技術は知られていず、僅かに燃料とした燃やした後の燃カスに吸着能力があることが知られている程度である。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】ところで、炭素質材料例えば木材、果実殻（ヤシ殻）、石炭を用いた活性炭の製造方法としては、従来ガス賦活法と薬品賦活法が知られている。ガス賦活法は上述した炭素質材料を整粒し、400～600℃で加熱した後、得られた炭化物と水蒸気又は二酸化炭素とを800～1000℃で反応させる方法であり、薬品賦活法は炭素質材料に塩化亜鉛溶液を含浸させ、不活性ガスの存在下で焼成炉中で500～700℃に加熱して炭化した後、塩酸を用いて亜鉛を回収し、脱灰、アルカリによる中和、水洗、乾燥を行う方法である。

【0004】そこで、上述した公知の活性炭製造法を用いて廃タイヤから活性炭を製造することが考えられるが、次のような問題点がある。まず、ガス賦活法にあっては、炭素質材料の適用範囲が限定されていること、製造工程が複雑なこと、800～1000℃の高温で賦活するため熱効率が低いこと及び活性炭収率が低いこと等である。

【0005】一方、薬品賦活法にあっては、薬品の価格が高いこと、従って薬品回収工程が必要なこと等が問題となる。かくして、廃タイヤの再利用という観点からは低コストで製造できることが重要であるが、ガス賦活法

及び薬品賦活法のいずれも廃タイヤを用いた活性炭の製造方法には適当でない。

【0006】本発明は上述した従来技術の問題点に鑑みて発明者等が鋭意研究した結果なされたもので、製造工程が簡単で、製造コストも低くしかも所望の吸着能を有する活性炭を製造することができる廃タイヤを原料とする活性炭の製造方法を提供するものである。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】上述した課題を解決するために構成された本発明の手段は、廃タイヤを所定の粒度以下の粉碎粒に形成する粉碎工程と、得られた粉碎粒にアルカリ金属塩を所定量混合して付着させる混合工程と、該混合工程により得られたアルカリ金属塩付着粉碎粒を焼成炉内において不活性ガスの存在下で600～700℃の温度で所定時間加熱することにより炭化物を生成する加熱工程と、得られた炭化物を洗浄してアルカリ金属塩を除去し、乾燥する洗浄、乾燥工程とからなる。

【0008】そして、粉碎粒に対して等重量以上のアルカリ金属塩を混合するとよい。

## 20 【0009】

【発明の具体的説明】本発明で用いられる廃タイヤの粒度は、採用される賦活条件により異なりうるが、好ましくは粒径1mm以下がよい。粉碎粒に対するアルカリ金属塩の混合量は等重量若しくはそれ以上であることが好ましい。アルカリ金属塩の混合方法としてはアルカリ金属塩濃度溶液を用いた含浸法が一般的である。更には、加熱工程では粉碎粒を600～700℃に加熱するが、アルカリ金属塩の融点は310℃から370℃の範囲内であるから、固体又は粉体のアルカリ金属塩を混合し加熱工程で融解させて粉碎粒の表面に付着させるようにすることもできる。

【0010】次に、アルカリ金属塩付着粉碎粒の加熱温度は、600～700℃の範囲が好ましい。600℃より低温度であるとアルカリ金属塩の賦活作用が小さく、活性炭の性能が劣るためである。一方、加熱温度を700℃より高温にすると、アルカリ金属塩が炭素を侵食し、活性炭収率が著しく低下する結果になる。

【0011】反応方式は固定床、流動床、輸送床等の各方式を用いることができるし、反応処理は連続式又はバッチ式のいずれの方式も用いることができる。

【0012】更に加熱時間は例えば加熱温度が650℃のときには約60分間、700℃のときには約20分間が適当である。

【0013】加熱した結果得られた炭化物はアルカリ金属塩を除去するために蒸留水等を用いて洗浄するが、この際水洗量、洗浄時間を調整し或は酸類を添加した洗浄水を用いることによって、活性炭の用途に応じてそのPHを調整するとよい。また、洗浄後の活性炭の乾燥は自然乾燥、乾燥機を用いる強制乾燥のいずれの方法でもよい。

【0014】なお、本発明方法における加熱工程では、液状生成物（タール）及びガスを得ることができる。液状生成物は原料の粉碎粒に対して平均40%抽出される。その成分は炭素=83~85%、水素=9~11%、硫黄=0、2~0、5%で所謂A重油に近い成分からなっており、燃料としても十分使用可能である。

【0015】一方、加熱工程で得られるガスは収率が2~4%であり、その主成分はメタン、エタンである。

【0016】

【発明の効果】本発明方法によれば、次のような効果を奏することができる。①廃棄方法が問題になっており、しかも廃棄すること自体に費用が掛っている廃タイヤを有効に再利用できる。②ガス賦活法と比較して加熱温度が低くてよいから、熱効率にすぐれている。また、薬品賦活法と比較した場合、アルカリ金属塩は塩化亜鉛よりも低廉であるから、製造コストを低くできるし、薬品回収工程も不要であって複雑な製造工程を必要としない。③原料に対して35~40%の高い収率を得ることができる。④液状生成物を燃料として利用できる。

【0017】

【実施例】以下、本発明の実施例について詳述する。

【0018】なお、本実施例ではアルカリ金属塩のうち水酸化ナトリウムを用いたが、例えば水酸化カリウムを用いてもよい。まず、タイヤ粉碎機を用いて廃タイヤを\*

\*20~50mm程度の粉碎片に破碎し、この際磁石を用いてビートワイヤを分離する。ビートワイヤを磁選した粉碎片は更に粒度1~3mm程度の粉碎粒に粉碎する。

【0019】次に、粉碎粒50gをテフロンビーカに入れ、これに等重量の水酸化ナトリウム溶液50gを添加して混合し、粉碎粒の表面に水酸化ナトリウムを付着させた後、110℃で乾燥させる。

【0020】次に、水酸化ナトリウム付着粉碎粒10gをステンレスボードに精秤したものを、直径50mm、長さ600mmの水平反応管の中央部に置き、該反応管内に窒素を100ml/minの流量で流しながら、毎分10℃の昇温速度で室温から650℃まで昇温させた後、この温度で1時間加熱し、その後室温にまで冷却する。

【0021】上述の如くして得られた炭化物を温蒸留水5lで洗浄して水酸化ナトリウムを除去し、105℃で乾燥することにより活性炭を製造できた。

【0022】表1に生成物の組成について、水酸化ナトリウムの添加量を異にする他の試料（イ）、（ロ）、（ハ）と比較して示す。この表から粉碎粒と水酸化ナトリウムの混合比が1:1のとき、炭化物の収率は41、73%となって最も高いことが分かる。

【0023】

【表1】

炭化による生成物 (%)

試料 生成物	比較例 (イ) None	比較例 (ロ) 1:0.25	比較例 (ハ) 1:0.5	実施例 1:1
タール	56.64	43.47	53.55	36.24
ガス	2.08	7.14	3.71	4.51
残渣(炭化物)	34.10	38.28	38.87	41.73
LOSS	7.18	11.11	3.87	17.52

【0024】次に、図1に本実施例による活性炭の比表面積及びメチレンブルー吸着能を比較例試料（イ）、（ロ）、（ハ）と共に示す。なお、活性炭の表面積は78℃における二酸化炭素をBET吸着等温式により求めた。またメチレンブルー吸着能はJIS K1470により測定した。図1から明らかな様に、粉碎粒に対する水酸化ナトリウムの混合量が1:1のとき、活性炭の表面積は450m<sup>2</sup>/g、メチレンブルー吸着能は150ml/g（JIS K1470による）になっており、比較例試料（イ）、（ロ）、（ハ）と比較して倍以

上の値を得ることができる。

【0025】また、図2に活性炭、液体生成物及びガスの収率を水酸化ナトリウムの添加濃度毎に示す。同図から分かるように、粉碎粒に対する水酸化ナトリウムの混合量が1:1のとき、活性炭及びガスは最も高い収率になる。

【0026】更に、活性炭の製造過程で得られる液体生成物の元素分析、平均分子量を表2に示す。

【0027】

【表2】

液状生成物（タール）の成分

試料 成分	比較例 (イ)	比較例 (ロ)	比較例 (ハ)	実施例
炭素(%)	85.51	83.80	85.56	85.81
水素(%)	11.28	10.21	10.62	10.69
灰分	0	0	0	0
イオウ(%)	1.2	0.8	0.5	0.2
計	97.99	94.81	96.68	96.70

【0028】表2によれば、液体生成物の組成は水酸化ナトリウムの混合量に殆ど影響されず、炭素85%、水素：11%で、平均分子量：3,300である。また、ガスクロマトグラフィーの分析によると、液体生成物中には少量のトルエン及び0-キシレンが含まれている。この液体生成物の発熱量は11,000Kcal/kg\*20

\*である。

【0029】次に、活性炭製造過程で生成されるガスの成分を表3に示す。

【0030】

【表3】

ガス成分の内訳

試料 ガス成分	比較例 (イ)	比較例 (ロ)	比較例 (ハ)	実施例
CH <sub>4</sub>	0.35	0.98	1.42	2.33
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	0.19	0.46	0.45	0.25
C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	0.10	0.15	0.19	0.13
C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	0.18	0.39	0.32	0.16
C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	0.10	0.23	0.27	0.14
CO <sub>2</sub>	1.12	4.86	1.02	0.81
その他	0.04	0.07	0.04	0.69
計	2.08	7.14	3.71	4.51

【0031】表3から明らかなように、生成ガスはメタン及びエタンを主成分とし、水酸化ナトリウム混合量の増加に伴ってこれらの成分も増大している。

【図面の簡単な説明】

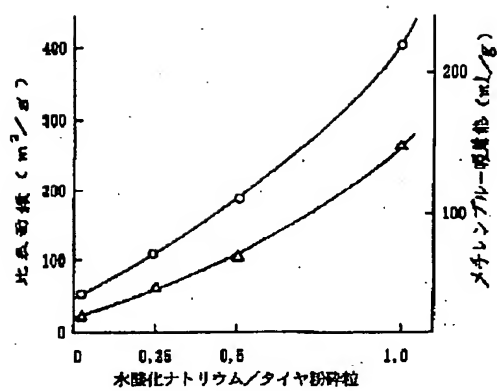
【図1】実施例方法により製造した活性炭の比表面積及

びメチレンブルー吸着能を比較例と共に示す線図である。

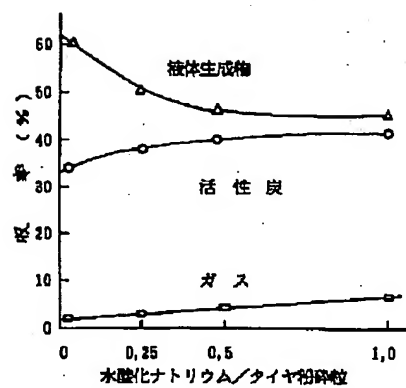
【図2】実施例方法による活性炭、液体生成物及びガスの収率を比較例と共に示す線図である。



【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 山田 哲夫  
北海道北見市屯田西町216番地

This Page Blank (uspto)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

*This Page Blank (uspto)*